

**Universidade de Lisboa – Faculdade de Medicina Dentária**



**Reparação de Cerâmica: Influência do condicionamento da  
superfície na adesão ao Zircónio.**

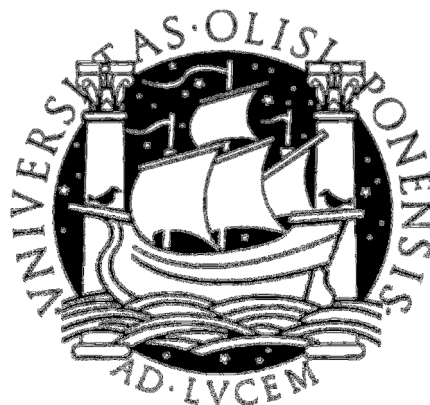
**Gonçalo Filipe Coelho Barragán**

**Mestrado Integrado em Medicina Dentária**

**2011**



**Universidade de Lisboa – Faculdade de Medicina Dentária**



**Reparação de Cerâmica: Influência do condicionamento da  
superfície na adesão ao Zircónio.**

Dissertação orientada pelo Prof. Doutor Jaime Pereira Fontes de Almeida Portugal

**Gonçalo Filipe Coelho Barragán**

**Mestrado Integrado em Medicina Dentária**

**2011**



Aos meus pais,  
Ao meu irmão,  
Às minhas avós.



## **Agradecimentos:**

Queria desde já apresentar os meus agradecimentos a todos aqueles que, de forma directa ou indirecta, contribuíram para a realização do presente trabalho.

Ao Professor Doutor Jaime Pereira Fontes de Almeida Portugal, Vice-director da Faculdade de Medicina Dentária de Lisboa, pela orientação, ensinamentos e disponibilidade para o desenvolvimento deste estudo. Sem o seu auxílio a realização do presente trabalho não teria sido possível.

À Professora Doutora Sofia Arantes e Oliveira, pelo apoio prestado, não só na disponibilização de material experimental, como também pelo auxílio prestado durante a execução laboratorial do mesmo.

À Dra. Filipa Chasqueira, manifesto o meu profundo agradecimento pela sua constante disponibilidade demonstrada ao longo da execução laboratorial deste trabalho.

À Dra. Isabel Gomes, um agradecimento pela ajuda prestada na fase inicial da execução laboratorial deste estudo.

À Assistente Dentária Filipa Sattler, agradeço o auxílio prestado na execução laboratorial deste estudo.

Ao Laboratório Gito, na pessoa do Srº José Mota, pela execução laboratorial de algumas etapas experimentais.

À minha colega e amiga Joana Froís, por todo o tempo despendido e auxílio prestado na execução do procedimento experimental.

A todos os meus restantes colegas e amigos, um muito obrigado por todo o auxílio prestado directa ou indirectamente na execução deste trabalho.





## **Resumo:**

Na tentativa de superar algumas das limitações das cerâmicas tradicionais, têm vindo a ser desenvolvidas novas cerâmicas de elevada resistência mecânica, tais como as cerâmicas à base de zircónio. A utilização destas cerâmicas como núcleos permitiu a fabricação de coroas e pontes de cerâmica sem metal com resistência mecânica adequada para a restauração de dentes posteriores. No entanto, este tipo de coroa apresenta um elevado número de fracturas tipo “chipping”. Quando tal acontece, a reparação destas restaurações poderá ser encarada como uma alternativa à sua substituição, que representaria um custo mais elevado de tratamento e um possível trauma da estrutura dentária. Apesar do método de adesão às cerâmicas feldspáticas se encontrar já bem estudado, ainda existem muitas dúvidas sobre o procedimento a seguir para uma eficaz adesão às cerâmicas de zircónio.

**Objectivo:** O presente estudo apresenta como objectivo a avaliação da influência de diversas técnicas de tratamento de superfície e de diversos sistemas adesivos na adesão ao zircónio.

**Materiais e métodos:** Foram preparados 80 blocos de Lava™ Frame Zircónia com forma e dimensão padronizada, aos quais foram aplicados vários tratamentos de superfície [sem tratamento/ jactamento com óxido de alumínio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )] e vários primers (sem primer/ Monobond-Plus/ Cimara Zircon/ Z-Prime Plus) seguindo-se a aplicação de um mesmo adesivo e compósito. No total foram criados 8 grupos experimentais (n=10). Após termociclagem, os espécimes foram submetidos a ensaios mecânicos sob tensões de corte seguindo-se a análise da falha produzida.

**Resultados:** Os valores médios de resistência adesiva variaram entre os 6,88 e os 23,21MPa. O tratamento de superfície com jacto de óxido de alumínio permitiu um aumento estatisticamente significativo ( $p<0,05$ ) dos valores de resistência adesiva do compósito ao zircónio. Quanto aos primers, apenas o Z-Prime™ permitiu aumentar de forma estatisticamente significativa ( $p<0,05$ ) as forças de adesão.

**Conclusões:** Nem todos os primers permitiram aumentar os valores de resistência adesiva do zircónio reparado com compósito. No entanto, o aumento da rugosidade possibilitou duplicar os valores de adesão.



## **Abstract:**

To overcome the limitations of traditional ceramics, new high-strength ceramics such as zirconium ceramics have been developed. The use of ceramic cores enables the production of ceramic crowns and bridges without metal and with adequate strength for the restoration of posterior teeth. However, this type of crown has a high number of fractures such as "chipping". In this case, the repair of these restorations can be seen as an alternative to its replacement. The replacement of the crown would represent a higher cost of treatment and additional trauma of tooth structure. Although the methods of adhesion to feldspar ceramic are already well studied, there are still many questions about the procedure for an effective adhesion to zirconium.

**Objective:** This study aimed to evaluate the influence of different surface treatment techniques and different adhesive systems on bonding to zirconia.

**Materials and methods:** 80 blocks Lava <sup>TM</sup> Frame Zirconia with standardized shape and size were prepared. Various surface treatments were applied to the ceramic surface [untreated / jactemento with aluminum oxide (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)] and various primers (no primer / Monobond-Plus / Cimara Zircon / Z-Prime Plus) followed by the application of the same adhesive and composite. A total of eight experimental groups were created (n = 10). After thermocycling, the specimens were subjected to mechanical tests under shear stresses followed by the analysis of the produced failure.

**Results:** The mean bond strength ranged between 6.88 and 23.21MPa. The surface treatment by sandblasting aluminum oxide allowed a statistically significant increase (p <0.05) values of the composite bond strength to zirconium. As for primers, only the Z-Prime<sup>TM</sup> has increased statistically significantly (p <0.05) adhesion forces.

**Conclusions:** Not all primers will enhance the bond strength values of repaired with zirconium composite. However, the increase in roughness values duplicate allowed membership



## **Índice:**

<b>Introdução</b>	<b>1</b>
Cerâmicas de elevada resistência	<b>1</b>
Fractura em restaurações de Zircónio	<b>3</b>
Vantagens da reparação de restaurações	<b>4</b>
Técnicas de reparação de restaurações metalo-cerâmicas	<b>5</b>
Técnicas de reparação de restaurações totalmente em cerâmica	<b>5</b>
Primers para zircónia.	<b>7</b>
<b>Objectivos do Estudo</b>	<b>9</b>
<b>Materiais e Métodos</b>	<b>10</b>
Preparação dos espécimes	<b>10</b>
Teste de resistência mecânica a tensões de corte	<b>14</b>
Caracterização do tipo de falha de união	<b>14</b>
Análise estatística	<b>15</b>
<b>Resultados</b>	<b>18</b>
Resistência adesiva - Análise estatística descritiva:	<b>18</b>
Resistência adesiva - Análise de variância factorial (ANOVA)	<b>19</b>
Análise da falha de união	<b>20</b>
<b>Discussão</b>	<b>22</b>
Protocolo experimental	<b>22</b>
Influência do tratamento de superfície	<b>23</b>
Influência da aplicação de primers para zircónia	<b>24</b>
Análise do tipo de falha de união registada	<b>26</b>
<b>Conclusão</b>	<b>28</b>
<b>Referências Bibliográficas</b>	<b>29</b>
<b>Anexos</b>	<b>36</b>
Apêndice 1 – Índice de figuras, tabelas e gráficos	<b>36</b>
Apêndice 2 – Imagens da análise da falha de união	<b>38</b>



## **Introdução:**

As convencionais cerâmicas dentárias utilizadas na prática clínica diária, dão pelo nome de feldspáticas, devido à sua elevada composição em feldspato de sódio e potássio (Leinfelder 2000). Ainda que apresentem vantagens ao nível estético, devido ao seu potencial de mimetizar a estrutura dentária, este tipo de cerâmica apresenta como desvantagem a sua baixa resistência mecânica à fractura (60,7 a 86,3MPa), não podendo ser utilizadas isoladamente (Leinfelder 2000; Tinschert *et al.* 2000). A utilização clínica destas cerâmicas obriga, na maior parte das situações, à confecção de uma infra-estrutura, metálica ou de cerâmica de elevada resistência, de forma a aumentar a resistência mecânica da restauração final (Wolfart *et al.* 2007; Reston *et al.* 2008; De Souza *et al.* 2010).

As restaurações metalo-cerâmicas são uma opção terapêutica muito utilizada na prática clínica do quotidiano, sendo ainda vulgarmente consideradas o “gold standart” (Heintze e Rousson 2010).

### **Cerâmicas de elevada resistência:**

Para superar algumas das limitações das restaurações metalo-cerâmicas, em termos estéticos (de transmissão de luz e descoloração), económicos (devido ao elevado preço dos metais nobres utilizados na confecção da coifa metálica) e de estabilidade química em meio oral, têm vindo a ser desenvolvidas novas cerâmicas, de entre as quais se destacam as de zircónio (Yoshida, Tsuo e Atsuta 2006; Della Bona e Kelly 2008).

O zircónio é utilizado em medicina dentária, sobre a forma de óxido de zircónio ( $ZrO_2$ ), mais frequentemente designado de zircónia (Piconi e Maccauro 1999). A zircónia é a cerâmica de elevada resistência mais recentemente empregue em medicina dentária, sendo utilizada em múltiplas situações clínicas como espigões intra-pulpare, implantes, brackets de ortodôncia (Kosmac *et al.* 1999; Wolfart *et al.* 2007). Contudo, é na confecção de infra-estruturas para coroas totalmente em cerâmica que esta apresenta a sua principal utilização (Denry 1996; Tinschert *et al.* 2000; Özcan e Vallittu 2003; Kim *et al.* 2005).

As cerâmicas à base de zircónia são normalmente utilizadas com tecnologia CAD/CAM (*computer aided design/computer aided machining*). Este sistema opera

através de um computador que controla a fresagem de blocos pré-fabricados de zircónia, utilizando os dados obtidos pela digitalização da preparação dentária, do troquel ou de um padrão em resina (Heintze e Rousson 2010; Tinschert *et al.* 2000).

A elevada resistência mecânica à fractura torna a zircónia num excelente material para a confecção de uma infra-estrutura de restaurações totalmente cerâmicas. De forma a reduzir as alterações dimensionais que podem ocorrer na zircónia, esta tem vindo a ser estabilizada através da adição de pequenas percentagens de outros óxidos metálicos como o óxido de cério ( $\text{CeO}_2$ ), óxido de magnésio ( $\text{MgO}$ ) e mais recentemente óxido de ítrio ( $\text{Y}_2\text{O}_3$ ) (Kern e Wegner 1998; Tsuo, Yoshida e Atsuta 2006). A utilização de óxidos de ítrio na sua fase cristalina (Y-TZP), vai originar uma matriz de cristais tetragonais, que vão permitir o *transforming toughening* da cerâmica (D'Amario *et al.* 2010; Thompson *et al.* 2011). *Transforming toughening* consiste na alteração da estrutura molecular da zircónia da fase tetragonal para a monocíclica, gerando assim um aumento do volume dos cristais de zircónia em 3 a 5%. Esta alteração dimensional vai comprimir a estrutura nas zonas da fissura, aumentando assim a força necessária para a propagação de fissuras e consequentemente a resistência da zircónia à fractura. Assim sendo, a evolução de pequenos defeitos iniciais que possam existir na superfície da cerâmica é restringida, sendo necessárias forças superiores para que ocorra a sua fractura (Kosmac *et al.* 1999; Luthardt *et al.* 2002; Donovan 2008).

Deste modo, as cerâmicas à base de zircónia, apresentam valores consideravelmente superiores em termos de resistência à fractura ( $913,0 \pm 50,2\text{MPa}$ ) (Tinschert *et al.* 2000) e resistência à flexão (0,9 a 1,5GPa) (Guazzato *et al.* 2004).

Todavia, a zircónia apresenta como principal inconveniente a dificuldade em obter uma adesão eficaz, uma vez que é um material relativamente inerte (Piascik *et al.* 2009; Magne, Paranhos e Burnett 2010; Thompson, Stoner *et al.* 2011). Este inconveniente deve-se à grande estabilidade da superfície da zircónia, que não permite o eficaz estabelecimento de forças de adesão (Blatz, Sadan e Kernet *et al.* 2003). A zircónia apresenta ainda outra desvantagem: a sua elevada opacidade (Zhang e Kim 2009). Devido à sua elevada opacidade, a zircónia não tende a ser utilizada isoladamente, sendo sempre necessária a aplicação de cerâmica feldspática como revestimento, para obter resultados estéticos mais satisfatórios (Wakabayashi e Anusavice 2000; Goia *et al.* 2006).



A utilização de zircónia enquanto núcleo de uma restauração apresenta múltiplas vantagens comparativamente aos núcleos metálicos: estética superior devido às suas propriedades ópticas, biocompatibilidade, reduzida adesão bacteriana (Bremer *et al.* 2011) e elevada resistência mecânica (Piconi e Maccauro 1999; Kilicarslan *et al.* 2004).

### **Fractura em Restaurações à base de zircónia:**

Apesar da sua elevada resistência mecânica, as restaurações realizadas com este tipo de material começaram por apresentar índices de fractura superiores às convencionais restaurações metalo-cerâmicas (Tinschert *et al.* 2000; Kumbuloglu *et al.* 2003). Embora a cerâmica de zircónio utilizada para a confecção do núcleo raramente fracture (Heintze e Rousson 2010), a cerâmica de revestimento, colocada sobre núcleos de zircónia, tem apresentado uma elevada incidência de *chipping*, quando comparado com as convencionais restaurações metalo-cerâmicas (Quinn *et al.* 2010).

O *Chipping* consiste na fractura da cerâmica de revestimento, com exposição do núcleo de zircónia intacto (Kim *et al.* 2005; Quinn *et al.* 2010). Estudos recentes, como o de Denry e Kelly (2007), mostraram que o *chipping* tende a ocorrer em 8 a 50% dos casos, num período de 2 anos, no caso das restaurações a zircónia. Estes valores são muito superiores aos registados para as convencionais restaurações metalo-cerâmicas em períodos de 10 anos (4 a 10%). Ainda é incerta a razão pela qual a incidência de *chipping* é superior nestas cerâmicas contudo, estudos recentes sugerem múltiplas explicações para a ocorrência de *chipping*: a heterogeneidade microestrutural presente no interior da cerâmica feldspática, que não permite uma correcta distribuição das forças oclusais; o polimento excessivo da restauração, que pode induzir o aquecimento da mesma, com redução na resistência mecânica desta; falhas de adesão entre a cerâmica feldspática e zircónia, uma vez que são materiais com composição distinta (Thompson *et al.* 1994). A zircónia apresenta ainda baixos valores de módulo de elasticidade, coeficiente de expansão térmica e condutibilidade térmica. Comparando estes valores com os das cerâmicas feldspáticas, justifica-se o facto de os dois materiais apresentarem comportamentos distintos a diferentes condições de temperatura e tensão, facilitando assim a fractura da cerâmica de revestimento. A ausência de um núcleo com formato anatómico, que permita uma correcta distribuição das forças oclusais e o rápido arrefecimento da estrutura após aplicação da última queima de cerâmica feldspática

(glaze), podem também explicar a elevada incidência de *chipping* (Heintze e Rousson 2010; Quinn *et al.* 2010).

A fractura da cerâmica de revestimento pode não ser completa, no entanto com os múltiplos ciclos mastigatórios, pequenos defeitos presentes na cerâmica acabam por atingir o núcleo da restauração, fracturando por completo a cerâmica de revestimento por fadiga (Attia 2010).

Embora a resistência das cerâmicas tenha vindo a aumentar com a introdução de núcleos compostos por cerâmica de alta resistência, as restaurações em cerâmica pura apresentam ainda fracturas. Assim sendo, podem ser referidos factores tais como contaminação durante o fabrico, planeamento incorrecto da restauração, hábitos parafuncionais (bruxismo), factores endodônticos e principalmente a já descrita fractura da cerâmica de revestimento (*chipping*), para explicar os insucessos destas restaurações. (Özcan e Niedermeier 2002; Bagis *et al.* 2009).

### **Vantagens da reparação de Restaurações:**

A substituição de uma restauração que se encontre fracturada poderá acarretar diversos aspectos negativos, tais como, o elevado custo de tratamento, o possível trauma na estrutura dentária remanescente, a dificuldade e tempo despendido na remoção da restauração fracturada, assim como o tempo necessário para execução laboratorial de uma nova restauração (Raposo *et al.* 2009; Bagis *et al.* 2009).

Deste modo, têm vindo a ser desenvolvidos sistemas de reparação de cerâmica com recurso a resinas compostas.

A reparação de restaurações apresenta como principais vantagens o baixo custo envolvido no procedimento de reparação, quando comparado com a realização de uma nova restauração, a possibilidade de ser realizado no consultório, numa só consulta e sem necessidade de recurso a um técnico de prótese (Frankenberger, Krämer e Sindel 2000; Reston *et al.* 2008; Bagis *et al.* 2009).

A durabilidade das reparações efectuadas com resina composta depende de vários factores. Tanto o tratamento químico e mecânico da superfície a reparar, como a direção e magnitude das forças aplicadas à restauração reparada podem influenciar o seu desempenho clínico (Özcan e Niedermeier 2002; Attia 2010).

### **Técnicas de reparação de restaurações metalo-cerâmicas:**

A capacidade de realizar a reparação intra-oral de uma restauração metalo-cerâmica depende muito do tipo de material exposto. A reparação da cerâmica feldspática é relativamente simples, no entanto, a reparação de uma fractura de metal e cerâmica apresenta um grau de dificuldade consideravelmente superior (Raposo *et al.* 2009).

A reparação intra-oral da cerâmica feldspática de uma restauração metalo-cerâmica tem alcançado elevadas forças de adesão através da utilização de ácido hidrofúorídrico ou abrasão mecânica com jacto de óxido de alumínio, seguindo-se a aplicação de um silano (Frankenberger, Krämer e Sindel 2000; dos Santos *et al.* 2006; Yoshida, Tsuo e Atsuta 2006).

O jactamento com óxido de alumínio tem vindo a demonstrar bons resultados no aumento das forças de adesão. Este procedimento leva a um aumento da área de superfície através da criação de micro-rugosidades, que por sua vez aumentam a energia de superfície. As irregularidades produzidas, permitem que o silano reaja com a sílica presente na cerâmica, criando assim uma ligação entre o compósito de reparação e a cerâmica feldspática e liga metálica, com forças apreciáveis (22,4 a 25MPa) (Haselton, Diaz-Arnold e Dunne 2001; Kumbuloglu *et al.* 2003). Esta reacção é mais eficaz se for utilizado um metal não nobre como núcleo da restauração, pois este apresenta uma maior quantidade de óxidos metálicos. Os óxidos metálicos presentes na estrutura metálica vão reagir com o silano aumentando assim as forças de adesão obtidas (Haselton, Diaz-Arnold e Dunne 2001; Raposo *et al.* 2009).

Assim sendo, podemos afirmar que, para obter uma boa reparação de uma restauração metalo-cerâmica, é necessária a utilização do jactamento com óxido de alumínio e ácido hidrofúorídrico como condicionamento de superfície, seguindo-se a aplicação de um silano (Frankenberger, Krämer e Sindel 2000; dos Santos *et al.* 2006).

### **Técnicas de reparação de restaurações totalmente em cerâmica:**

De forma a melhorar a adesão das resinas compostas à zircónia têm vindo a ser desenvolvidas múltiplas técnicas recorrendo a retenções mecânicas e químicas (Özcan e Vallittu 2003; Magne, Paranhos e Burnett 2010).

Segundo Reston *et al.* 2008, o protocolo base para a adesão à cerâmica feldspática seria composta por 5 passos: 1) Remoção do glaze superficial; 2) Utilização de uma broca diamantada, para tornar a superfície da cerâmica rugosa; 3) Jacteamento com óxido de alumínio, para formar micro-retenções na cerâmica 4) Ataque ácido com ácido com ácido ortofosfórico (37%) ou ácido hidrofúorídrico (5%), para limpar a superfície e estimular a reacção da sílica presente na cerâmica, 5) Aplicação de Silano, que vai também reagir com a sílica da cerâmica, criando forças de adesão superior. Após a execução do protocolo base segue-se a aplicação do sistema adesivo e do compósito.

No entanto, este procedimento não se tem revelado eficaz na promoção da adesão à zircónia, uma vez que esta não é facilmente condicionada por ácidos e necessita de tratamento mecânico mais abrasivo (Kern e Wegner 1998; Piascik *et al.* 2009; Magne, Paranhos e Burnett 2010).

A utilização de uma broca diamantada parece não ser eficiente no aumento da energia de superfície da zircónia (Kumbuloglu *et al.* 2003). Alguns autores, defendem ainda que este procedimento pode conduzir ao enfraquecimento da cerâmica já fracturada, através da criação de pequenos fendas na superfície da cerâmica (Guazzato *et al.* 2004).

O jacteamento com partículas de óxido de alumínio tem vindo a ser utilizado para aumentar a energia de superfície de restaurações em zircónia, quer para cimentação, quer para reparação de restaurações fracturadas (Kern e Wegner 1998; Blatz *et al.* 2004). Após aplicação do óxido de alumínio verifica-se que ocorre uma maior transformação da fase tetragonal da zircónia em monocíclica quando comparado com outros métodos mecânicos (broca diamantada), com consequente aumento da resistência mecânica da cerâmica (Kosmac *et al.* 1999; Guazzato *et al.* 2005; Magne, Paranhos e Burnett 2010). Embora conduza à formação de micro-retenções, com aumento da energia de superfície, facilitando assim a penetração das moléculas de adesivo (Kitayama *et al.* 2010), este procedimento tem vindo a ser criticado na literatura, uma vez que as micro-retenções podem também conduzir à propagação de fendas na cerâmica através dos múltiplos ciclos mastigatórios (Guazzato *et al.* 2005; Uo *et al.* 2006; Zhang *et al.* 2006; Della Bona *et al.* 2007; Piascik *et al.* 2009).

Nas cerâmicas à base de sílica (leucite, feldspática ou mica) a aplicação de ácido hidrofluorídrico actua no dióxido de sílica, tornando-o disponível para a reacção com o silano, promovendo assim a adesão (Della Bona *et al.* 2007). No entanto, a utilização de ácido ortofosfórico ou hidrofluorídrico parece não conduzir a um considerável aumento nas forças de adesão da resina composta à zircónia já que a zircónia não possui sílica na sua composição (Kern e Wegner 1998). Assim sendo, não vai ocorrer a mesma reacção ao condicionamento ácido que se verifica nas cerâmicas à base de sílica (Kumbuloglu *et al.* 2003; Özcan e Vallittu 2003; Attia, Lehmann, Kern 2011). Não sendo obtidas forças de adesão superiores após a aplicação de ácido hidrofluorídrico, este deve ser evitado uma vez que é irritante para as mucosas (Attia 2010).

Os silanos são compostos vulgarmente utilizados na reparação das cerâmicas feldspáticas (Reston *et al.* 2008). O silano é um polímero de carbono com sílica ( $\text{SiO}_2$ ) na sua composição, que ao ser aplicado sobre cerâmicas feldspáticas, reage com a sílica presente nestas, promovendo assim uma eficaz adesão (Goia *et al.* 2006). No entanto, como a cerâmica de zircónia não apresenta sílica na sua composição, os silanos não se têm revelado tão eficazes (Blatz, Sadan e Kern 2003; Kim *et al.* 2005; Thompson *et al.* 2010).

Para superar a limitação inerente à baixa quantidade de sílica presente na zircónia, têm vindo a ser desenvolvido novos métodos de condicionamento de superfície, entre eles o jactamento com particular de sílica (Thompson e Kern 1994). Esta técnica é muito utilizada na promoção da adesão a substratos metálicos, uma vez que desempenha duas funções: criação de microrretenções e aumento do conteúdo de sílica da superfície, permitindo assim a sua união ao silano (Thompson, Stoner *et al.* 2011). Alguns estudos têm vindo a mostrar a sua eficácia em zircónia (Kern e Wegner 1998), no entanto, este método não tem apresentado resultados apreciáveis em estudos a longo prazo e quando submetida a termociclagem (Thompson, Stoner *et al.* 2011).

### **Primers para zircónia:**

Como resultado dos esforços realizados para aumentar a adesão à zircónia, têm vindo a ser desenvolvidos alguns primers, com resultados promissores em termos da força de adesão entre a zircónia e as resinas compostas (Özcan, Nijhuis e Valandro

2008; Lehmann e Kern 2009; Piascik *et al.* 2009; Blatz *et al.* 2010; Attia, Lehmann, Kern 2011).

Os primers de zircónia disponíveis no mercado são normalmente compostos por monómeros adesivos à base de fosfatos e contendo organo-silanos (semelhantes a ortoésteres). Ao contrário das resinas compostas convencionais, à base de bis-GMA, que são incapazes de estabelecer uma adesão forte com a zircónia (Ural *et al.* 2010), estes são compostos por uma extremidade organofuncional, que vai estabelecer a ligação à resina composta, e uma outra extremidade composta por grupos alcoxi hidrolisáveis que reagem com os óxidos metálicos da zircónia, como cromo, níquel, alumínio e óxidos de zircónia, ligando-se assim à cerâmica (Tsuo, Yoshida e Atsuta 2006; Magne, Paranhos e Burnett 2010; Ural *et al.* 2010). A ligação entre a zircónia e o adesivo vai assim ser realizada através de forças de Van der Waals e pontes de hidrogénio (Matinlinna *et al.* 2006; Wolfart *et al.* 2007)

Assim sendo, a aplicação destes primers aumenta as forças de adesão entre a zircónia e a resina composta, através de um aumento da energia de superfície e do molhamento, reparando também pequenas defeitos que possam existir na superfície fracturada da cerâmica (Magne, Paranhos e Burnett 2010; Tsuo, Yoshida e Atsuta 2006; De Souza *et al.* 2010). Existem múltiplos organo-silanos descritos na literatura, sendo os mais comuns o 10-metacriloiloxidecil dihidrogenofosfato (MDP), anidrido 4-metacriloxietilotrimetilico (4-META), metacrilato de ácido tiofosfórico (MEPS) (Matinlinna, Lassila e Vallittu 2006; Aboushelib *et al.* 2008; Thompson, Stoner *et al.* 2011).

Têm vindo a ser desenvolvidos vários estudos para analisar a influência do condicionamento mecânico da superfície na adesão à zircónia, Grande parte dos estudos sugerem que o jactamento da superfície do zircónio contribuiu para o aumento dos valores de adesão do compósito à cerâmica (Blatz *et al.* 2010; Kern, Barloi e Yang 2009; Yang, Barloi e Kern. 2010)

## Objectivos do Estudo:

O presente estudo tem como objectivo geral contribuir para um melhor conhecimento da capacidade de adesão das resinas compostas a cerâmicas de zircónia. Desta forma, foram comparadas as diferenças nas forças de adesão resultantes do tratamento de superfície com jacto de óxido de alumínio e da aplicação de primers de zircónio.

Este objectivo geral foi concretizado nos seguintes objectivos específicos:

- Analisar a influência do tratamento de superfície da cerâmica na resistência adesiva a tensões de corte da interface compósito/zircónio, de acordo com as seguintes hipóteses:
  - H0: A força de adesão não é influenciada pelo tratamento de superfície com jacto de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , 40 psi, durante 5 segundos.
  - H1: A força de adesão é influenciada pelo tratamento de superfície com jacto de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , 40 psi, durante 5 segundos.
- Investigar a influência da aplicação de Primer para zircónia na resistência adesiva, de acordo com as seguintes hipóteses:
  - H0: A força de adesão não é influenciada pela aplicação de primer de zircónia.
  - H1: A força de adesão é influenciada pela aplicação de primer de zircónia.
- Estudar a influência do tratamento de superfície no tipo de falha de união produzida no teste de resistência mecânica a tensões de corte:
  - H0: O tipo de falha de união não é influenciado pelo tratamento de superfície com jacto de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , 40 psi, durante 5 segundos.
  - H1: O tipo de falha de união é influenciado pelo tratamento de superfície com jacto de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , 40 psi, durante 5 segundos.
- Analisar a influência da aplicação de Primer para zircónia no tipo de falha de união produzida no teste de resistência mecânica a tensões de corte:
  - H0: O tipo de falha de união não é influenciado pela aplicação de primer de zircónia.
  - H1: O tipo de falha de união é influenciado pela aplicação de primer de zircónia.

## Materiais e métodos:

### Preparação dos espécimes:

Foram construídos 80 blocos de Lava™ Frame Zircónia [3M ESPE, Seefeld Germany, (lote nº 392508, valida até 11-2012)] com dimensões padronizadas. As amostras foram cortadas com a dimensão de 12mm x 12mm x 6mm, utilizando um disco diamantado (0,3mm de espessura) numa máquina de corte de precisão modelo Isomet 1000 (Buehler, Illinois, USA) a uma velocidade de 250 rpm (Fig.1). Depois de cortados, os blocos foram polidos utilizando lixas de grão progressivamente mais fino, 220, 400 e 600, sob água corrente. De seguida, os espécimes foram lavados com água destilada e secos com seringa de ar para eliminação de detritos.

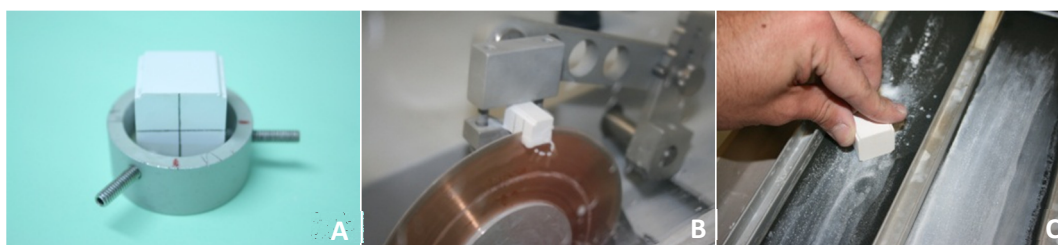


Figura 1-- Preparação dos espécimes. (A) Montagem do bloco de cerâmica na máquina de corte. (B) Corte dos blocos. (C) Polimento dos Espécimes

Os espécimes foram posteriormente sinterizados utilizando o sistema Lava™ Term II, segundo as instruções do fabricante. Devido à contracção inerente à sinterização (20%), os espécimes após sinterização apresentavam as dimensões de 9.6mm x 9.6mm x 4.8mm.

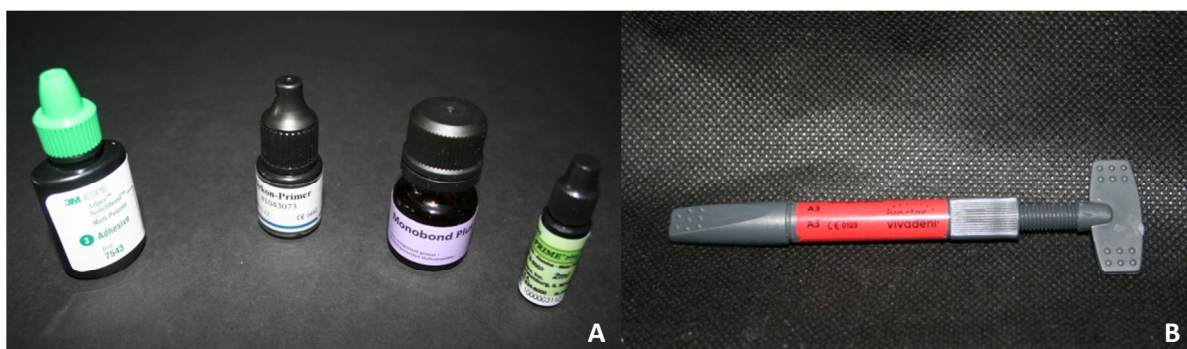


Figura 2 – (A) Adesivo e Primers utilizados no estudo; (B) Compósito utilizado no estudo.

Em seguida, as 80 amostras foram aleatoriamente divididas em 2 grupos: 1) Grupo de controlo, em que não foi efectuado qualquer tratamento de superfície; 2)



Aplicação de jactamento com partículas óxido de alumínio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) de  $50\mu\text{m}$  a uma pressão de 40 psi durante 5 segundos e a uma distância de 5cm.

Foi efectuada a limpeza de todos os espécimes em banho ultra-sónico durante 1 minuto, com água destilada. Os espécimes foram em seguida lavados com Spray de ar/água durante 15seg e secos com jacto de ar durante 20seg.

Cada um dos grupos acima descritos foi dividido em 4 subgrupos, de acordo com o primer aplicado (Fig.2): A) Não foi aplicado primer (grupo de controlo); B) Aplicação de Monobond® Plus (Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein); C) Aplicação de Z-Prime™ (Bisco, Schaumburg, IL, USA); D) Aplicação de Cimara® Zircon (Voco, Cuxhaven, Germany).

Item	Marca	Lote	Validade	Composição
Monobond® Plus	Ivoclar Vivadent	N57095	2012-07	Metacrilato de silano, Metacrilato do Ácido Fosfórico e Metacrilato de Sulfureto Solvente: Etanol
Z-prime™	Bisco	1000003112	2012-01	Dimetacrilato Bifenilo (10%) Hidroxietil Metacrilato (HEMA) (20%) Etanol (90%)
Cimara® Zircon	Voco	1043073	2011-12	Ácidos orgânicos e silano.

Tabela 1— Composição e informações relativas aos primers utilizados no estudo

De forma a padronizar a área de aplicação de primer e adesivo, foi efectuada um orifício com 3mm de diâmetro numa fita plástica, sendo esta colocada no centro do espécime de forma a manter uma margem de mais de 2mm do limite da cerâmica.

O protocolo para aplicação do primer foi o mesmo em todos os grupos experimentais: foram aplicadas 1 a 2 camadas de primer, este foi deixado secar durante 60 segundos. De seguida foi utilizada a seringa de ar a baixa pressão durante 5 segundos para completar a evaporação do solvente do primer (Fig.3).

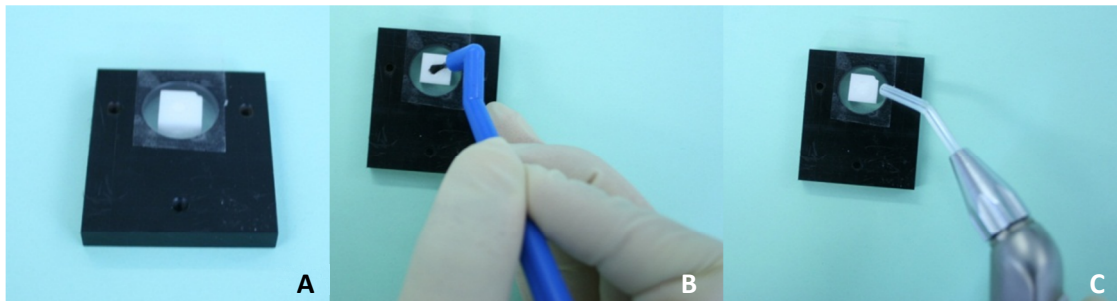


Figura 3 – Protocolo de aplicação do Primer. (A) espécime montado na placa de Watanabe (B) Aplicação do primer (C) Evaporação do solvente com seringa de ar a baixa pressão durante 5 seg.

O mesmo adesivo foi aplicado em todos os espécimes Adapter™ Scotchbond™ Multi-Purpose (3M ESPE Dental Products, St Paul, MN, USA, lote nº N104743, válido até 07-2012) utilizando um pincel descartável, sendo em seguida polimerizado segundo as indicações do fabricante (10 segundos) (Fig.4).



Figura 4 – (A) Aplicação da resina composta com o molde utilizado (B) Fotopolimerização da resina composta (C) Espécime montado na placa de Watanabe

A fotopolimerização foi realizada com o aparelho fotopolimerizador Ortholux LED Curing Light com o nº de série: 939830000776 (3M Unitek, 82171 Puchheim, Germany) (Fig. 5).

Em seguida, procedeu-se à aplicação da mesma quantidade de um mesmo compósito Tetric EvoCeram (3M ESPE Dental Products, St Paul, MN, USA, lote nº L33432, válido até 06-2012) em todos os espécimes, sendo fotopolimerizado segundo as indicações do fabricante (20 segundos) [Fig.5 (A), (B) e (C)].

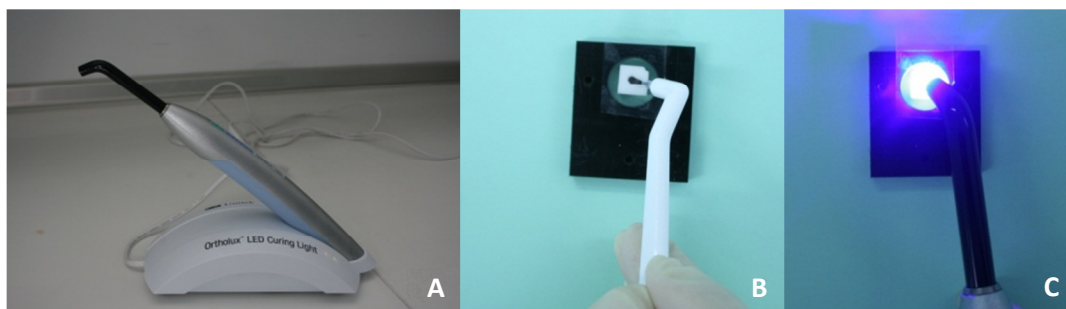


Figura 5— (A) Aparelho fotopolimerizador Ortholux LED Curing Light (B) Aplicação do adesivo Adper™Scotchbond™ Multi-Purpose. (C) Fotopolimerização do adesivo

Após restauração, os espécimes foram colocados numa estufa durante 24 horas a uma temperatura de 37° e humidade relativa de 100%, com recurso a compressas embebidas em água destilada.

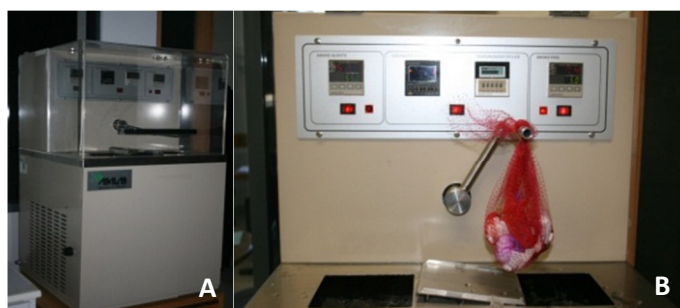


Figura 6—(A) Máquina simuladora de ciclos térmicos (B) Espécimes durante termociclagem

Todos os espécimes foram posteriormente sujeitas a termociclagem. A termociclagem foi realizada segundo a norma ISO 11405 (Test type 2) na qual a amostra foi imersa em água quente (55°) e água fria (5,5°). Para tal foi utilizada uma máquina simuladora de ciclos térmicos (Aralab, Talaíde, Cascais, Portugal). Foram realizados um total de 500 ciclos, de 30seg em cada uma das imersões, com um intervalo entre os banhos de 5 seg. [Fig.6].

Em seguida, todos os espécimes foram de novo colocados na estufa, nas condições acima descritas, durante 24 horas. Após este período, os espécimes foram montados nas placas de Watanabe, sendo mantidos em posição com recurso a gesso pedra e compósito, voltando de novo a ser colocados em estufa, nas condições já descritas, por um período adicional de 24 horas.

### **Teste de resistência mecânica a tensões de corte:**



**Figura 7— Máquina de teste de resistência mecânica a tensões de corte (Instron)**

De modo a testar as forças de adesão, os espécimes foram submetidos a ensaios mecânicos sob tensões de corte, na máquina de teste Instron modelo 4502 (Instron Ltd., Bucks, HP 12 3SY, England) a uma velocidade de 5mm/min. e uma célula de carga de 1kN (Fig.7).

As forças máximas no momento da fractura foram registadas em Newton e convertidas para valores de resistência adesiva em Mega Pascal, de acordo com a área de adesão. Os dados obtidos pela máquina de ensaios mecânicos foram processados através do software Instron IX.

### **Caracterização do tipo de falha de união:**

Após a fractura, foi determinado o tipo de falha de união com recurso a estereomicroscópio Meiji Techno EMZ-8TR n.º de série 411479 (Meiji Techno Co., Saitama, Japan) utilizando uma ampliação de 20 vezes (Fig.8).

A falha produzida pelo teste mecânico de corte foi observada e classificada em Falha Adesiva ou Falha Mista por dois observadores independentes. Quando existiram discrepâncias na classificação da falha, houve discussão até consenso. Foi considerado falha adesiva quando a falha ocorreu ao nível do adesivo e falha mista quando a falha fosse composta por adesivo e compósito (Apêndice 2).



**Figura 8- Estereomicroscópio Meji Techo EMZ 8TR**

### **Análise estatística:**

Após a obtenção dos valores de resistência mecânica a tensões de corte (shear bond strength - SBS) e da análise da falha de união, os dados foram inseridos numa base de dados e analisados estatisticamente utilizando o programa SPSS for Windows versão 16.0 (SPSS Inc., Chicago, IL, USA).

Em primeiro lugar, foi realizada uma análise estatística descritiva, de forma a verificar a distribuição das forças de adesão e tipo de falha de união de acordo com o grupo experimental.

Os resultados obtidos no SBS foram então analisados através de uma análise de variância factorial com duas dimensões (2-way ANOVA), seguidos de testes post-hoc, segundo o método de Student-Newman-Keuls.

Os resultados obtidos após análise da falha de união foram analisados com testes não paramétricos, Kruskal-Wallis, e Mann-Whitney com correcção de Bonferroni.

Foi fixada uma significância estatística de 5% para ambas as análises estatísticas.

## Resultados:

### Resistência adesiva - Análise estatística descritiva:

Os resultados do teste mecânico à força de corte estão descritos na tabela 2. Nesta tabela encontram-se o número de espécimes de cada grupo experimental, assim como os valores de média, desvio padrão, máximo e mínimo obtidos para cada grupo experimental.

Tratamento de superfície	Primer	Média (MPa)	Desvio padrão (MPa)	Máximo (MPa)	Mínimo (MPa)	N
Sem Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Sem primer	7,18	3,53	13,33	1,36	10
	Monobond® Plus	7,74	3,64	16,85	4,07	10
	Z-Prime™	11,56	6,73	22,37	2,14	10
	Cimara® Zircon	6,88	2,77	11,30	3,25	10
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Sem primer	13,68	4,22	23,75	9,42	10
	Monobond® Plus	15,26	6,41	30,28	6,61	10
	Z-Prime™	23,21	4,12	30,20	14,97	10
	Cimara® Zircon	16,31	10,68	39,22	7,18	10

Tabela 2— Estatística descritiva dos valores de teste de resistência mecânica a tensões de corte.

Os valores de resistência adesiva variaram entre 6,88 e 23,21MPa. O grupo experimental que apresentou um maior valor absoluto de SBS foi o de Z-Prime™ com jacteamento de óxido de alumínio. Por sua vez, o valor mais baixo foi registado no grupo Cimara® Zircon em que não foi aplicado jacteamento.

**Resistência adesiva - Análise de variância factorial (ANOVA)**

Os valores de resistência adesiva obtidos foram submetidos a uma análise de variância factorial – ANOVA de duas dimensões. A resistência adesiva foi utilizada como variável dependente e o tratamento de mecânico de superfície e a aplicação do primer foram utilizados como variáveis independentes. Os resultados deste teste encontram-se na tabela 3.

	Soma dos Quadrados do tipo III (SQ)	Graus de Liberdade (GL)	Quadrado médio (QM)	F	p (significância)
<b>Tratamento de superfície</b>	1539,819	1	1539,819	45,871	< 0,001
<b>Primer</b>	595,377	3	198,459	5,912	0,001
<b>Tratamento de superfície*Primer</b>	77,483	3	24,828	0,769	0,515
<b>Residual</b>	2416,949	72	33,569	-	-

**Tabela 3— Análise de Variância (Two-way Anova) com duas dimensões, do teste de resistência mecânica a tensões de corte (variáveis independentes: tratamento de superfície e primer; variável dependente: resistência mecânica ao tensões de corte)**

Este teste estatístico demonstrou que os valores de resistência adesiva foram influenciados de uma maneira estatisticamente significativa, tanto pelo tratamento de superfície ( $p < 0,001$ ), como pela aplicação do primer ( $p = 0,001$ ).

Verificou-se, no entanto, que não existiu interação entre os dois factores ( $p = 0,515$ ). No caso do tratamento de superfície, o grupo em que foi efectuado jactamento com óxido de alumínio apresentou valores de SBS estatisticamente mais elevados ( $p < 0,001$ ) (Gráfico 1).

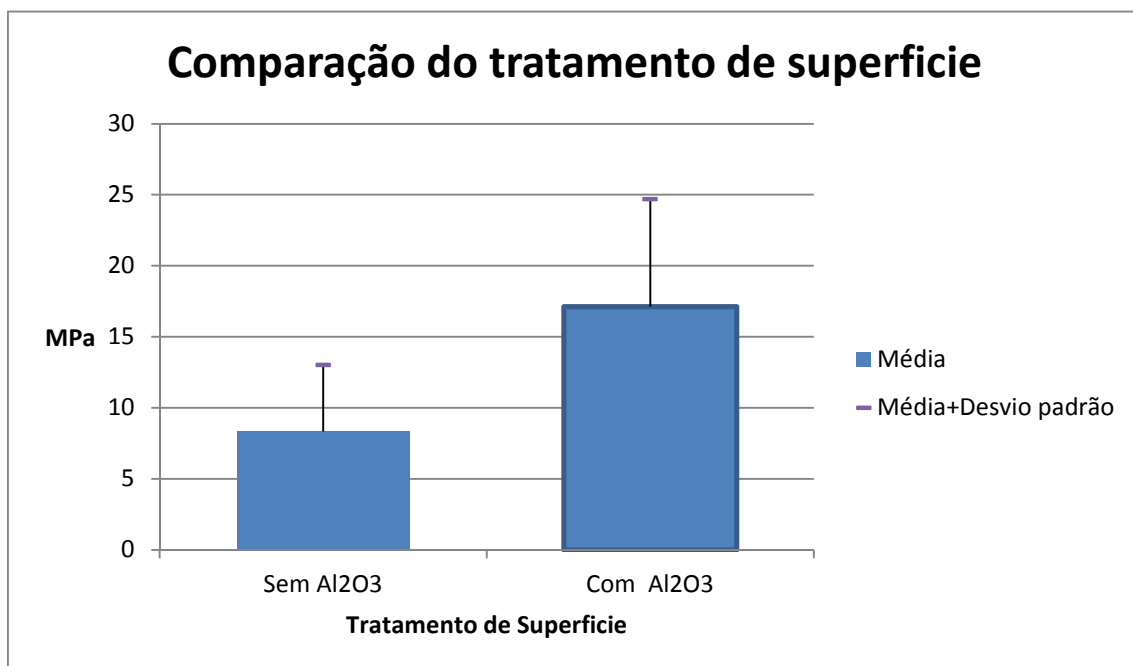


Gráfico 1— Teste de resistência mecânica ao tensões de corte, comparando o tratamento de superfície (n=80 os grupos representados sobre a mesma linha não apresentam diferenças estatisticamente significativas)



De forma a estudar as diferenças existentes entre os primers utilizados, foram efectuadas comparações múltiplas segundo o método de Student-Newman-Keuls.

O grupo experimental do Z-Prime™ apresentou valores de resistência adesiva estatisticamente superiores em relação aos restantes primers e ao grupo de espécimes em que não foi aplicado primer ( $p<0,05$ ). As comparações entre o grupo sem primer, o Monobond® Plus e o Cimara® Zircon as diferenças registadas não se revelaram estatisticamente significativas ( $p\geq 0,05$ ) (gráfico 2).

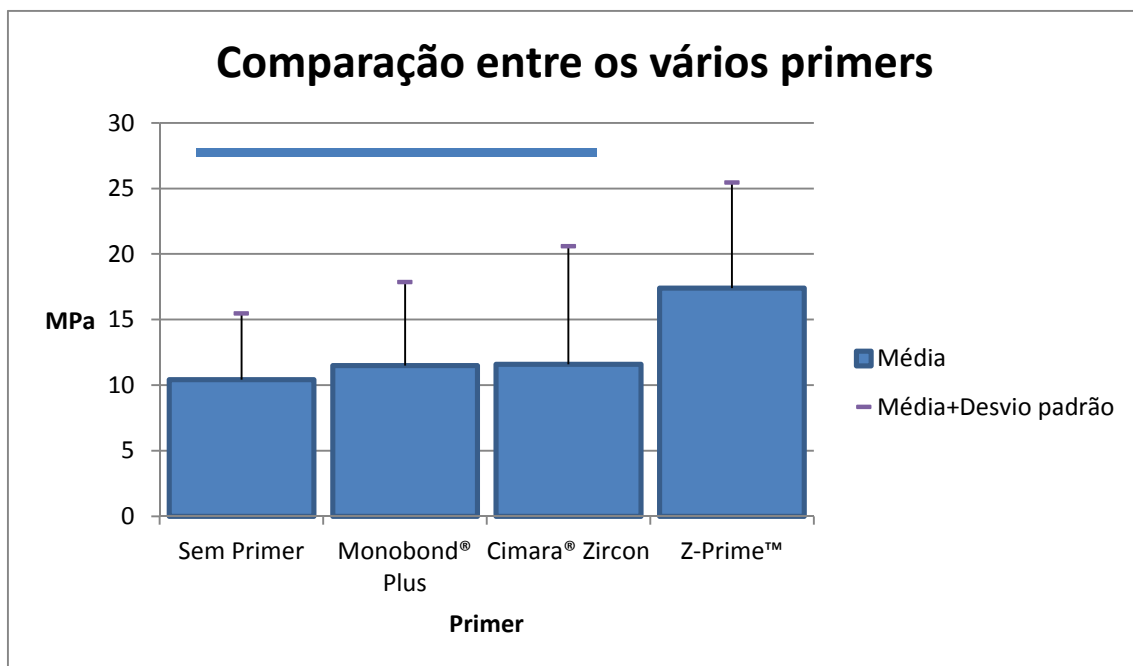


Gráfico 2 -- Teste de resistência mecânica ao tensões de corte, comparando os primers utilizados (n=80 os grupos representados sobre a mesma linha não apresentam diferenças estatisticamente significativas)

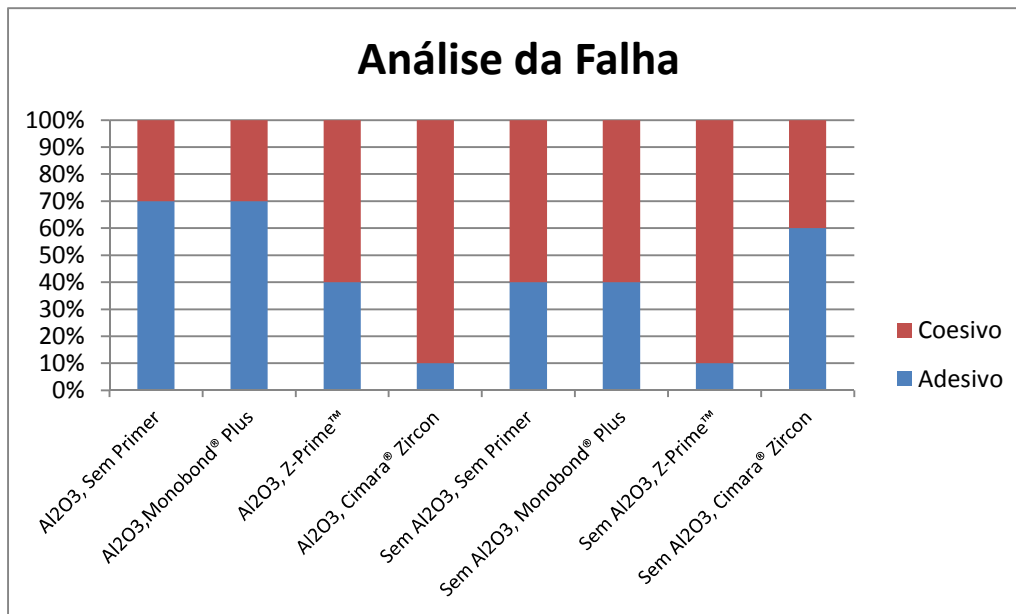
**Análise da falha de união:**

Os resultados da análise efectuada à falha resultante do ensaio mecânico estão descritos na tabela 4 e gráfico 3. Nesta tabela encontram-se o número de espécimes de cada grupo experimental, assim como o número de falhas adesivas e mistas observadas em cada grupo experimental.

Tratamento de superfície	Primer	Tipo de Falha		N
		Adesiva	Mista	
Sem Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Sem Primer	7(70%)	3(30%)	10(100%)
	Monobond® Plus	7(70%)	3(30%)	10(100%)
	Z-Prime™	4(40%)	6(60%)	10(100%)
	Cimara® Zircon	1(10%)	9(90%)	10(100%)
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Sem Primer	4(40%)	6(60%)	10(100%)
	Monobond® Plus	4(40%)	6(60%)	10(100%)
	Z-Prime™	1(10%)	9(90%)	10(100%)
	Cimara® Zircon	6(60%)	4(40%)	10(100%)
Total		34(42,5%)	46(57,5%)	80(100%)

**Tabela 4 — Estatística descritiva da análise da falha registada após teste de resistência mecânica a tensões de corte.**

O teste de Mann-Whitney, utilizado para avaliar se existem diferenças entre a utilização ou não de jactamento, não revelou diferenças estatisticamente significativas entre os tratamentos de superfície estudados ( $p \geq 0,05$ ).



**Gráfico 3 - Distribuição do tipo de falha registado de acordo com o grupo experimental**

Com o objectivo de avaliar a influência do primer utilizado, foi realizado o teste de Kruskal-Wallis, que revelou uma influência estatisticamente significativa sobre o tipo de falha observado ( $p < 0,05$ ). Desta forma, foram realizadas as diversas comparações possíveis entre os diversos primers, recorrendo a testes segundo o método de Mann-Whitney com correcção de Bonferroni. Verificou-se não existirem diferenças estatisticamente significativas entre os diversos primers, excepto o Z-Prime™ que apresentou resultados estatisticamente superiores aos restantes.

## **Discussão:**

A obtenção de uma elevada força de adesão é um dos factores mais importantes para o sucesso clínico da reparação de qualquer restauração fracturada (Matinlinna *et al.* 2006; De Souza *et al.* 2010).

Assim sendo, é de extrema importância o estudo e comparação de técnicas e procedimentos clínicos que possam ser utilizadas para obter forças de adesão elevadas.

### **Protocolo experimental:**

Tal como em estudos anteriores (Kumbuloglu *et al.* 2003) foi realizada termociclagem neste estudo, com o objectivo de simular *in vitro* as condições que os materiais de restauração são sujeitos quando são aplicados na cavidade oral. Estudos anteriores demonstraram que este procedimento produz forças de adesão consideravelmente inferiores quando comparando com armazenamento em meio seco (Blatz *et al.* 2004; D'Amario *et al.* 2010; Attia, Lehmann, Kern 2011). Assim, de forma a permitir a comparação com os resultados de outros estudos foram seguidas as recomendações internacionais (ISO 2003). Estas recomendações sugerem a realização de 500 ciclos térmicos, em que os espécimes são colocados durante 30seg. em água a uma temperatura de 5°C e 30 seg. em água a uma temperatura de 55°C.

Encontram-se disponíveis na literatura, diversos estudos cuja superfície adesiva foi submetida a um processo de envelhecimento antes da realização dos ensaios de resistência adesiva que variou entre as 72 horas (Kim *et al.* 2005) até várias semanas (Hummel, Kern 2004; Wolfart *et al.* 2007). No entanto, segundo Wegner, Gerdes e Kern (2002), a realização de termociclagem desempenha um papel mais importante na avaliação a longo prazo da adesão cerâmica/compósito, que o tempo de armazenamento em água. Desta forma, no presente estudo foi utilizado um tempo de envelhecimento dos espécimes relativamente curto, de apenas 120 horas.

De forma a permitir a avaliação das forças de adesão produzidas, foram utilizados dois métodos: o SBS e a análise microscópica da falha de união. Em conjunto, estes dois métodos permitem-nos um estudo mais aprofundado e detalhado das forças de adesão conseguidas.

Existem vários testes que permitem estudar as forças de adesão produzidas pelos adesivos dentários. Os testes a tensões de corte, tração e micro-tração são mais comuns na literatura para avaliar as forças de adesão produzidas entre as resinas compostas e as cerâmicas dentárias (Della Bona e van Noort 1995; Garcia *et al.* 2002; Valandro *et al.* 2008).

Neste estudo foi utilizado o teste de resistência mecânica a tensões de corte. Este é o tipo de teste mais utilizado na literatura para estudar as forças de adesão produzidas entre a cerâmica e as resinas compostas (Della Bona e van Noort, 1995; Della Bona *et al.* 2007).

O teste de Watanabe, utilizado neste estudo, é um exemplo deste tipo de teste. Neste teste, são utilizadas duas placas planas uma para fixação do espécime substrato e outra para colocação do material adesivo. Estas placas estão ligadas à máquina de teste através de 2 placas metálicas que vão dirigir a força para o local de adesão, produzindo assim uma tensão de corte (Watanabe, Marshall e Marshall 1996).

O tipo de falha de união produzida pelo teste de resistência mecânica a tensões de corte pode ser avaliado com maior pormenor com recurso a microscopia. Para tal, a falha de união produzida foi classificada com a utilização de um estéreomicroscópio, consoante o local em que esta ocorra, em três categorias: falha adesiva (fractura ocorre ao nível do adesivo), falha coesiva (apenas existe fractura do compósito) ou falha mista (se a falha for composta por adesivo e compósito). Esta foi a classificação utilizada neste estudo, uma vez que este é o método mais amplamente descrito na literatura consultada (Wolfart *et al.* 2007; Portugal *et al.* 2008; Attia, Lehmann e Kern 2011).

### **Influência do tratamento de superfície:**

A análise dos resultados obtidos, revelou que o tratamento de superfície da zircónia com jacto de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  conduziu a um aumento dos valores de resistência adesiva da restauração reparada com compósito. De uma maneira geral, a utilização do  $\text{Al}_2\text{O}_3$  permitiu duplicar os valores de adesão.

Estes resultados estão assim, de acordo com os obtidos em estudos anteriores (Kern e Thompson 1994; Della Bona *et al.* 2007; Kern, Barloi e Yang 2009; Blatz *et al.* 2011).

O jactamento com óxido de alumínio aumenta a área de superfície, levando ao aumento da energia de superfície melhorando assim as forças de adesão conseguidas (Kern e Wegner 1998; Della Bona *et al.* 2007; Blatz *et al.* 2010). Mais recentemente, o aumento das forças de adesão promovido pelo jactamento com óxido de alumínio tem sido justificado com o efeito de limpeza de superfície e activação química da superfície da zircónia, que vai conduzir ao estabelecimento de um maior número de ligações químicas à resina composta (Yang *et al.* 2007; Kern, Barloi e Yang 2009). No entanto, existem alguns receios de que o efeito do impacto das partículas de óxido de alumínio possa produzir alguns traços de fractura na cerâmica, conduzindo desta forma à diminuição da resistência coesiva da cerâmica (Kosmac *et al.* 1999). Apesar disso, são diversos os estudos experimentais que demonstram que a aplicação de jacto de óxido de alumínio numa superfície de zircónia melhora os valores de adesão obtidos, sem que ocorra uma redução significativa na resistência mecânica da cerâmica (Kosmac *et al.* 1999; Özcan e Vallittu 2003).

Comparando os resultados de SBS dos grupos experimentais, aqueles em que se utilizou jactamento com  $\text{Al}_2\text{O}_3$  obtiveram resultados superiores ( $17,11 \pm 7,6 \text{MPa}$ ) aos obtidos pelo grupo em que não foi efectuado tratamento de superfície ( $8,34 \pm 4,7 \text{MPa}$ ). Estes resultados vão ao encontro dos obtidos por Kern, Barloi e Yang (2009), em que a utilização de jacto de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ou não, sem aplicação de primer, obteve valores de 26,19MPa e 6,24MPa respectivamente.

### **Influência da aplicação de primers para zircónia:**

A utilização de primers para zircónia, tem vindo a ser descrita na literatura como um método fácil e eficaz para aumentar as forças de adesão obtidas (Kitayama *et al.* 2010; Magne, Paranhos e Burnett 2010; Matinlinna e Lassila 2011).

Os valores de força de adesão obtidos neste estudo ( $17,12 \pm 7,57 \text{MPa}$ ) vão ao encontro dos registados em estudos anteriores de 26,68MPa (Magne, Paranhos e Burnett 2010) e 19,54MPa (Kern, Bartoi *et al.* 2009). No entanto, nestes dois estudos não foi realizada termociclagem, o que pode explicar os resultados obtidos terem sido superiores (Kumbuloglu *et al.* 2003). O efeito da termociclagem sobre as forças de adesão produzidas pela aplicação do primer é evidente no estudo de Özcan *et al.* (2009). Neste estudo os valores de adesão apresentam diferenças estatisticamente significativas

quando analisados antes e após termociclagem,  $19,8\pm3,8\text{MPa}$  e  $12,1\pm2,6\text{MPa}$  respectivamente (Özcan *et al.* 2009). Ainda assim, é de destacar que neste estudo, tal como em estudos anteriores (Aboushelib *et al.* 2008; Kern, Barloi e Yang 2009) as forças obtidas a quando da aplicação isolada do primer, sem jacteamnto prévio, foram relativamente reduzidas, quando comparadas às forças obtidas após combinação das duas técnicas.

De todos os primers utilizados, os resultados obtidos com o Z-Prime™ são os únicos estatisticamente superiores à restante amostra. A aplicação deste primer gera forças de adesão elevadas ( $17,39\pm8,07\text{MPa}$ ). Já no estudo de Magne, Paranhos e Burnett 2010, o primer que obteve melhores valores de adesão havia sido o Z-Prime™ ( $23,22\text{MPa}$ ). Destacar que os resultados obtidos com o Z-Prime™ sem tratamento prévio da superfície e os obtidos para o jacteamnto de superfície sem aplicação de primer são semelhantes,  $11,56\pm6,73\text{MPa}$  e  $13,68\pm4,22\text{MPa}$  respectivamente, sendo que a combinação do condicionamento com óxido de alumínio, com a aplicação de Z-Prime™ foi o procedimento que obteve os resultados mais elevados de todos os grupos experimentais ( $23,21\pm4,12\text{MPa}$ ). Se tivermos em conta que no estudo de Magne, Paranhos e Burnett 2010, em todos os espécimes foram sujeitos a jacteamnto e aplicação de primer. Comparando os resultados desse estudo com os obtidos no grupo experimental em que o protocolo foi semelhante (jacteamnto e primer), os resultados são surpreendentemente semelhantes:  $23,22\text{MPa}$  no estudo de Magne, Paranhos e Burnett e  $23,21\pm4,12\text{MPa}$  neste estudo. Este elevado valor de adesão, pode ser explicado já que a resistência adesiva de uma interface estabelecida entre resina composta e zircónia depende não só da retenção micromecânica mas também da adesão química entre os dois materiais (Özcan *et al.* 2009; Thompson, Stoner *et al.* 2011).

A reacção química própria dos primers de zircónia ocorre entre os óxidos metálicos presentes na composição da cerâmica e os monómeros adesivos presentes no primer (Blatz, Sadan e Kern. 2003; Uo *et al.* 2006; Kern, Barloi e Yang 2009).

Estudos anteriores (Aboushelib *et al.* 2008; Kern, Barloi e Yang 2009; Attia, Lehmann, Kern 2011), tinham demonstrado que a utilização de primers para zircónia melhorava a adesão das resinas compostas à zircónia. Özcan e Vallittu (2003) concluíram que a adesão à zircónia era superior se fosse utilizado um primer contendo monómeros adesivos (MDP).

Os monómeros adesivos presentes nos primers de zircónia são moléculas bifuncionais orgânicas/inorgânicas que após reacção com etanol se tornam activas promovendo o aumento das forças de adesão. Para tal, estas moléculas passam do estado hidrofóbico para hidrofílico com a reacção com o etanol, voltando de novo a serem hidrofóbicas ao se ligarem à resina composta (Aboushelib *et al.* 2009). Estas moléculas são compostas por duas extremidades: uma que se liga aos iões metálicos da zircónia e uma outra extremidade com um grupo organofuncional (à base de metacrilato) que vai efectuar a união à resina composta (Matinlinna *et al.* 2006; Yoshida, Tsuo e Atsuta 2006; Ural *et al.* 2010). Segundo vários autores, os primers de zircónia funcionam através da reacção dos grupos hidroxilo do monómero adesivo, com os iões metálicos no interior da zircónia, formando ligações intermoleculares não covalentes (através de forças de van der Waals e pontes de hidrogénio) na interface zircónia/resina, diminuindo assim a tensão de superfície, aumentando o molhamento e consequentemente as forças de adesão entre as resinas compostas e a zircónia (Blatz, Sadan e Kernet *et al.* 2003; Uo *et al.* 2006; Kern, Barloji e Yang 2009; Ural *et al.* 2010; Behret *et al.* 2011).

#### **Análise do tipo de falha de união registada:**

O Z-Prime™, apresentou resultados estatisticamente distintos dos restantes grupos experimentais, apresentando um maior número de falhas mistas.

A distribuição do tipo de falha de união de acordo com o primer utilizado está de acordo com os valores de resistência adesiva obtidos. A maior percentagem de falhas de união do tipo misto, verificado nos espécimes reparados com Z-Prime™, parece estar associada a forças de adesão mais elevadas. Este facto poderá talvez ser explicado por as forças de adesão atingidas se aproximarem dos valores de resistência coesiva da resina composta, ocorrendo a fractura não só na interface adesivo/cerâmica, mas também no compósito (Della Bona *et al.* 2007; De Souza *et al.* 2010). Nos restantes grupos experimentais, a maior prevalência de falhas adesivas parece estar de acordo com os valores de adesão mais reduzidos, consequência de uma interface zircónia/adesivo mais frágil (Kern, Bartoi *et al.* 2009; Özcan *et al.* 2009).

As forças de adesão conseguidas entre as resinas compostas e a cerâmica parecem suficientes para a reparação de uma restauração em zircónia. No entanto, as



técnicas e materiais aplicadas neste estudo necessitam de ser testadas em condições laboratoriais mais exigentes, podendo o número de ciclos de termociclagem assim como, o período de armazenamento em estufa ser aumentados para avaliar a durabilidade destes procedimentos. Podem ainda ser utilizados outros testes mecânicos mais exactos como é o caso do micro-tração.

No entanto, esta metodologia não permite a correcta simulação das forças presentes no meio intra-oral, uma vez que na cavidade oral a falha da adesão vai resultar de fadiga por repetida aplicação de forças mastigatórias e não devido a uma força única. Assim sendo para reproduzir laboratorialmente estas forças, poderá ser utilizado um método experimental semelhante ao seguido por Attia e Kern (2004) e Attia (2010), em que coroas cerâmicas após reparação foram sujeitas a vários ciclos mastigatórios numa máquina simuladora de ciclos mastigatórios, analisando-se em seguida o número de ciclos necessários para a sua fractura.

De forma a obter um grau de evidência científica superior, devem ainda ser efectuados ensaios clínicos randomizados *in vivo*, já que estes são o tipo de estudo científico com mais elevada evidência científica.

O impacto clínico das conclusões obtidas a partir deste estudo é que a força de adesão das resinas compostas à zircónia é afectada pelo tratamento de superfície com  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , assim como a aplicação de um primers para zircónia.

## **Conclusões:**

Após a análise dos resultados obtidos neste trabalho é possível concluir que:

- 1- A força de adesão é influenciada pelo tratamento de superfície com jacto de  $\text{AlO}_2$ , 40 psi, durante 5 segundos. A aplicação de jacto de óxido de alumínio aumenta os valores de adesão do compósito ao zircónio.
- 2- A força de adesão é influenciada pela aplicação de primer de zircónia. A aplicação do Z-Prime™ aumenta a resistência adesiva da interface zircónia/compósito.
- 3- O tipo de falha de união não é influenciado pelo tratamento de superfície com jacto de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , 40 psi, durante 5 segundos.
- 4- O tipo de falha de união é influenciado pela aplicação de primer de zircónia.

## Referências Bibliográficas:

1. Aboushelib MN, Matinlinna JP, Salameh Z, Ounsi H (2008). "Innovations in bonding to zirconia-based materials: Part I." *Dent Mater.* Sep;**24**(9):1268-72.
2. Aboushelib MN, Mirmohamadi H, Matinlinna JP, Kukk E, Ounsi HF, Salameh Z (2009). "Innovations in bonding to zirconia-based materials. Part II: Focusing on chemical interactions." *Dent Mater.* Aug;**25**(8):989-93.
3. Amaral R, Özcan M, Bottino MA, Valandro LF (2006). "Microtensile bond strength of a resin cement to glass infiltrated zirconia-reinforced ceramic: the effect of surface conditioning". *Dent Mater.* Mar;**22**(3):283-90.
4. Attia A, Kern M (2004). "Influence of cyclic loading and luting agents on the fracture load of two all-ceramic crown systems." *J Prosthet Dent.* Dec;**92**(6):551-6.2
5. Attia A (2010). "Influence of surface treatment and cyclic loading on the durability of repaired all-ceramic crowns." *J Appl Oral Sci* Mar-Apr;**18**(2): 194-200.
6. Attia A, Lehmann F, Kern M (2011). "Influence of surface conditioning and cleaning methods on resin bonding to zirconia ceramic." *Dent Mater* Mar;**27** (3):207-13.
7. Bagis B, Ustaomer S, Lassila LVJ, Vallittu PK (2009). "Provisional Repair of a Zirconia Fixed Partial Denture with Fibre-Reinforced Restorative Composite: A Clinical Report." *J Can Dent Assoc* Mar;**2**:133-7.
8. Behr M, Proff P, Kolbeck C, Langrieger S, Kunze J, Handel G, Rosentritt M. (2011) "The bond strength of the resin-to-zirconia interface using different bonding concepts". *J Mech Behav Biomed Mater* Jan; **4**: 2-8.
9. Blatz MB, Sadan A, Kern M (2003). "Resin-ceramic bonding: a review of the literature." *J Prosthet Dent* Mar;**89**:268-274.
10. Blatz MB, Sadan A, Martin J, Lang B (2004). "In vitro evaluation of shear bond strengths of resin to densely-sintered high-purity zirconium-

- oxide ceramic after long-term storage and thermal cycling.” *J Prosthet Dent*. Apr;**91**(4):356-62.
11. Blatz MA, Phark JH, Ozer F, Mante FK, Saleh N, Bergler M, Sadan A (2010). “In vitro comparative bond strength of contemporary self-adhesive resin cements to zirconium oxide ceramic with and without air-particle abrasion.” *Clin Oral Invest* Apr; **14**: 187-92.
  12. Bremer F, Grade S, Kohorst P, Stiesch M (2011). “In vivo biofilm formation on different dental ceramics.” *Quintessence Int*. Jul-Aug;**42**(7):565-74.
  13. Casucci A, Osorio E, Osorio R, Monticelli F, Toledano M, Mazzitelli C, Ferrari M (2009). “Influence of different surface treatments on surface zirconia frameworks.” *J Dent*. Nov;**37**:891-7.
  14. D'Amario M, Campidoglio M, Morresi AL, Luciani L, Marchetti E, Baldi M (2010) “Effect of thermocycling on the bond strength between dual-cured resin cements and zirconium-oxide ceramics.” *J Oral Sci* **52**: 425-30
  15. De Souza GM, Silva NR, Paulillo LA, de Goes MF, Rekow ED, Thompson VP (2010). “Bond strength to high-crystalline content zirconia after different surface treatments.” *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. May; **93**(2):318-23
  16. Della Bona A, van Noort R (1995). “Shear vs. tensile bond strength of resin composite bonded to ceramic.” *J Dent Res*. **74**:1591-6.
  17. Della Bona A, Anusavice KJ, Mecholsky JJ Jr (2003). Failure analysis of resin composite bonded to ceramic. *Dent Mater*. Dec;**19**(8):693-9.
  18. Della Bona A, Borba M, Benetti P, Cecchetti D (2007). “Effect of surface treatments on the bond strength of a zirconia-reinforced ceramic to composite resin.” *Braz Oral Res*. Jan-Mar;**21**(1):10-5.
  19. Della Bona A, Kelly JR (2008). “The clinical success of all-ceramic restorations.” *J Am Dent Assoc*. Sep;**139** Suppl:8S-13S.
  20. Denry IL (1996). “Recent Advances in Ceramics for Dentistry.” *Crit Rev Oral Biol Med*. **7**(2): 134-43.
  21. Denry I, Kelly JR (2008). “State of the art of zirconia for dental applications.” *Dent Mater*. Mar;**24**(3):299-307.

22. Donovan TE (2008). "Factors essential for successful all-ceramic restorations." *J Am Dent Assoc.* Sep;**139** Suppl:14S-18S.
23. Dos Santos JG, Fonseca RG, Adabo GL, dos Santos CA (2006). "Shear bond strength of metal-ceramic repair systems." *J Prosthet Dent.* Sep;**96**(3):165-73.
24. Frankenberger R, Krämer N, Sindel J (2000). "Repair strength of etched vs silica-coated metal-ceramic and all-ceramic restorations." *Oper Dent.* May-Jun;**25**(3):209-15.
25. Garcia FCP, D'Alpino PHP, Terada RSS, Carvalho RM (2002). "Testes Mecânicos Para A Avaliação Laboratorial Da União Resina/Dentina." *Rev Fac Odontol Bauru* **10**(3):118-27.
26. Goia TS, Leite FPP, Valandro LF, Özcan M, Bottino MA (2006). "Repair Bond Strength of a Resin Composite to Alumina-Reinforced Felspathic Ceramic." *Int J Prosthodont* **19**: 400-402.
27. Guazzato M, Albakry M, Ringer SP, Swain MV (2004). "Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part II. Zirconia-based dental ceramics." *Dent Mater* Jun;**20**(5):449-56.
28. Guazzato M, Albakry M, Quach L, Swain MV (2005). "Influence of surface and heat treatments on the flexural strength of a glass-infiltrated alumina/zirconia-reinforced dental ceramic." *Dent Mater.* May;**21**(5):454-63.
29. Haselton DR, Diaz-Arnold AM, Dunne JT (2001). "Shear bond strengths of 2 intraoral porcelain repair systems to porcelain or metal substrates." *J Prosthet Dent* **86**: 526-31.
30. Heintze SD, Rousson V (2010). "Survival of zirconia- and metal-supported fixed dental prostheses: a systematic review." *Int J Prosthodont.* Nov-Dec;**23**(6):493-502.
31. Hummel M, Kern M (2004). "Durability of the resin bond strength to the alumina ceramic Procera." *Dent Mater.* **20**(5): 498-508.
32. Kern M, Thompson VP (1994). "Sandblasting and silica coating of a glass-infiltrated alumina ceramic: volume loss, morphology, and changes in the surface composition." *J Prosthet Dent.* May;**71**(5):453-61.

33. Kern M, Wegner SM (1998). "Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability." *Dent Mater.* January; **14**:64-71.
34. Kern M, Barloi A, Yang B (2009). "Surface conditioning influences zirconia ceramic bonding." *J Dent Res.* Sep;**88**(9):817-22.
35. Kilicarslan MA, Kedici PS, Kucukesmen HC, Uludag BC (2004). "In vitro fracture resistance of posterior metal-ceramic and all-ceramic inlay-retained resinbonded fixed partial dentures." *J Prosthet Dent.* **92**(4):365–70.
36. Kim BK, Bae HEK, Shim JSS, Lee KW (2005). "The influence of ceramic surface treatments on the tensile bond strength of composite resin to all-ceramic coping materials." *J Prosthet Dent.* **94**:357-62.
37. Kitayama S, Nikaido T, Takahashi R, Zhu L, Ikeda M, Foxton RM, Sadr A, Tagami J (2010). "Effect of primer treatment on bonding of resin cements to zirconia ceramic." *Dent Mater.* May;**26**(5):426-32.
38. Kosmac T, Oblak C, Jevnikar P, Funduk N, Marion L (1999). "The effect of surface grinding and sandblasting on flexural strength and reliability of Y-TZP zirconia ceramic." *Dent Mater.* **15**(6):426-33.
39. Kumbuloglu O, User A, Toksavul S, Vallittu PK (2003). "Intra-oral adhesive systems for ceramic repairs: a comparison." *Acta Odontol Scand* **61** (5):268-272.
40. Lehmann F, Kern M (2009). "Durability of resin bonding to zirconia ceramic using different primers." *J Adhes Dent.* Dec;**11**(6):479-83.
41. Leinfelder FK (2000) "Porcelain Esthetics for the 21st Century." *J Am Dent Assoc.* Jun;**131** Suppl:47S-51S.
42. Luthardt RG, Holzhüter M, Sandkuhl O, Herold V, Schnapp JD, Kuhlisch E, Walter M. "Reliability and properties of ground Y-TZP-zirconia ceramics." *J Dent Res.* 2002 Jul;**81**(7):487-91.
43. Magne P, Paranhos MP, Burnett LH Jr (2010). "New zirconia primer improves bond strength of resin-based cements." *Dent Mater.* Apr;**26**(4):345-52.
44. Matinlinna JP, Heikkinen T, Özcan M, Lassila LV, Vallittu PK (2006). "Evaluation of resin adhesion to zirconia ceramic using some organosilanes." *Dent Mater.* **22**(9):824–31.

45. Matinlinna JP, Lassila LV, Vallittu PK (2006). "The effect of a novel silane blend system on resin bond strength to silica-coated Ti substrate." *J Dent.* Aug;**34**(7):436-43.
46. Matinlinna JP, Lassila LV (2011). "Enhanced resin-composite bonding to zirconia framework after pretreatment with selected silane monomers." *Dent Mater.* Mar;**27**(3):273-80. Epub 2010 Nov 30.
47. Özcan M, Niedermeier W (2002). "Clinical study on the reasons for and location of failures of metal-ceramic restorations and survival of repairs." *Int J Prosthodont.* May-Jun;**15**(3):299-302.
48. Özcan M, Vallittu PK (2003). "Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics." *Dent Mater.* **19**(8):725-31.
49. Özcan M, Nijhuis H, Valandro LF (2008). "Effect of various surface conditioning methods on the adhesion of dual-cure resin cement with MDP functional monomer to zirconia after thermal aging." *Dent Mater J.* **27**(1):99-104.
50. Özcan M, Valandro LF, Amaral R, Leite F, Bottino MA (2009). "Bond strength durability of a resin composite on a reinforced ceramic using various repair systems." *Dent Mater.* Dec;**25**(12):1477-83.
51. Piascik JR, Swift EJ, Thompson JY, Grego S, Stoner BR (2009). "Surface Modification for Enhanced Silanation of Zirconia Ceramics." *Dent Mater.* **25**(9): 1116–21.
52. Piconi C, Maccauro G (1999). "Zirconia as a ceramic biomaterial." *Biomaterials* Jan;**20**(1):1-25.
53. Portugal J, Marques P, Jardim L, Leitão J (2008). "Shear Bond Strength of Aged Dental Amalgam Repaired with Composite." *Rev Port Estomatol Cir Maxilofac* **49**:69-74.
54. Quinn JB, Sundar V, Parry EE, Quinn GD (2010). "Comparison of edge chipping resistance of PFM and veneered zirconia specimens." *Dent Mater.* Jan;**26**(1):13-20. Epub.
55. Raposo LHA, Neiva NA, da Silva GR, Carlo HL, Mota AS, do Prado CJ, Soares CJ (2009). "Ceramic Restoration Repair: Report Of Two Cases." *J Appl Oral Sci* **17**(2):140-4.

56. Reston EG, Filho SC, Arossi G, Cogo RB, Rocha CS, Closs LQ (2008). "Repairing Ceramic Restorations: Final Solution or Alternative Procedure?" *Oper Dent*. Jul-Aug;**33**(4):461-6.
57. Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciucchi B, Carvalho R, Pashley DH (1994). "Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength-evaluation of a micro-tensile bond test." *Dent Mater*. Jul;**10**(4):236-40.
58. Thompson JY, Anusavice KJ, Naman A, Morris HE. (1994) "Fracture Surface Characterization of Clinically Failed All-ceramic Crowns." *J Dent Res* **73** (12): 1824-32.
59. Thompson JY, Stoner BR, Piascik JR, Smith R (2011). "Adhesion/cementation to zirconia and other non-silicate ceramics: where are we now?" *Dent Mater Jan*;**27**(1):71-82.
60. Tinschert J, Zvez D, Marx R, Anusavice KJ (2000). "Structural reliability of alumina-, feldspar-, leucite-, mica- and zirconia-based ceramics." *J Dent*. Sep;**28**(7):529-35.
61. Tsuo Y, Yoshida K, Atsuta M (2006). "Effects of Alumina-blasting and Adhesive Primers on Bonding between Resin Luting Agent and Zirconia Ceramics." *Dent Mater J*. Dec;**25**(4):669-74.
62. Uo M, Sjögren G, Sundh A, Goto M, Watari F, Bergman M (2006). "Effect of surface condition of dental zirconia ceramic (Denzir) on bonding." *Dent Mater J*. Sep;**25**(3):626-31.
63. Ural Ç, Külünk T, Külünk S, Kurt M, Baba S (2010). "Determination of Resin Bond Strength to Zirconia Ceramic Surface Using Different Primers." *Acta Odontol Scand*. 2010 Jan;**69**(1):48-53.
64. Valandro LF, Özcan M, Amaral R, Vanderlei A, Bottino MA (2008). "Effect of testing methods on the bond strength of resin to zirconia-alumina ceramic: microtensile versus shear test." *Dent Mater J*. 2008 Nov;**27**(6):849-55.
65. Wakabayashi N, Anusavice KJ (2000). "Crack initiation modes in bilayered alumina/porcelain disks as a function of core/veneer thickness ratio and supporting substrate stiffness." *J Dent Res*. Jun;**79**(6):1398-404.



66. Watanabe LG, Marshall GW, Marshall S (1996). "Dentin shear strength: effects of tubule orientation and intratooth location." *Dent Mater.* Mar;**12**(2):109-15.
67. Wegner SM, Gerdes W, Kern M (2002). "Effect of different artificial aging conditions on ceramic-composite bond strength." *Int J Prosthodont.* May-Jun;**15**(3):267-72.
68. Wolfart M, Lehmann F, Wolfart S, Kern M (2007). "Durability of the resin bond strength to zirconia ceramic after using different surface conditioning methods." *Dent Mater.* 2007 Jan;**23**(1):45-50.
69. Yang B, Wolfart S, Scharnberg M, Ludwig K, Adelung R, Kern M (2007) "Influence of contamination on zirconia ceramic bonding." *J Dent Res.* Aug;**86**(8):749-53.
70. Yang B, Barloi A, Kern M (2010). "Influence of air-abrasion on zirconia ceramic bonding using an adhesive composite resin." *Dent Mater.* Jan;**26**(1):44-50.
71. Yoshida K, Tsuo Y, Atsuta M (2006). "Bonding of dual-cured resin cement to zirconia ceramic using phosphate acid ester monomer and zirconate coupler." *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* Apr;**77**(1):28-33.
72. Zhang Y, Lawn BR, Malament KA, Van Thompson P, Rekow ED (2006). "Damage accumulation and fatigue life of particle-abraded ceramics." *Int J Prosthodont.* Sep-Oct;**19**(5):442-8.
73. Zhang Y, Kim JW (2009). "Graded structures for damage resistant and aesthetic all-ceramic restorations". *Dent Mater.* Jun;**25**(6):781-90.

## **Apêndice 1 – Índice de figuras, tabelas e gráficos**

### **I-Figuras**

### **II-Tabelas**

### **III-Gráficos**

## I Ilustrações:

<b>Figura 1</b> — Preparação dos espécimes. (A) Montagem do bloco de cerâmica na máquina de corte. (B) Corte dos espécimes. (C) Polimento dos espécimes.	<b>10</b>
<b>Figura 2</b> — (A) Adesivo e Primers utilizados no estudo; (B) Compósito utilizado no estudo.	<b>10</b>
<b>Figura 3</b> — Protocolo de aplicação do Primer. (A) espécime montado na placa de Watanabe (B) Aplicação do primer (C) evaporação do solvente com seringa de ar a baixa pressão durante 5 seg.	<b>12</b>
<b>Figura 4</b> — (A) Aparelho fotopolimerizador Ortholux LED Curing Light (B) Aplicação do adesivo Adper™Scotchbond™ Multi-Purpose. (C) Fotopolimerização do adesivo.	<b>12</b>
<b>Figura 5</b> — (A) Aplicação da resina composta com o molde utilizado (B) Fotopolimerização da resina composta (C) Espécime montado na placa de Watanabe	<b>13</b>
<b>Figura 6</b> — (A) Máquina simuladora de ciclos térmicos (B) Espécimes durante termociclagem	<b>13</b>
<b>Figura 7</b> — Máquina de teste de resistência mecânica a tensões de corte (Instron)	<b>14</b>
<b>Figura 8</b> — Estereomicroscópio Meji Techo EMZ 8TR	<b>15</b>

## II Tabelas:

<b>Tabela 1</b> — Composição e informações relativas aos primers utilizados no estudo	<b>11</b>
<b>Tabela 2</b> — Estatística descritiva dos valores de teste de resistência mecânica ao tensões de corte.	<b>16</b>
<b>Tabela 3</b> — Análise de Variância (Two-way Anova) com duas dimensões, do teste de resistência mecânica a tensões de corte (variáveis independentes: tratamento de superfície e primer; variável dependente: teste de resistência mecânica ao tensões de corte)	<b>17</b>
<b>Tabela 4</b> — Estatística descritiva da análise da falha registada após teste de resistência mecânica a tensões de corte.	<b>20</b>

## III Gráficos:

<b>Gráfico 1</b> — Teste de resistência mecânica ao tensões de corte, comparando o tratamento de superfície (n=80 os grupos representados sobre a mesma linha não apresentam diferenças estatisticamente significativas)	<b>18</b>
<b>Gráfico 2</b> — Teste de resistência mecânica ao tensões de corte, comparando os primers utilizados (n=80 os grupos representados sobre a mesma linha não apresentam diferenças estatisticamente significativas)	<b>19</b>
<b>Gráfico 3</b> — Distribuição do tipo de falha registado de acordo com o grupo experimental	<b>21</b>

## **Apêndice 2 – Imagens da falha de união**

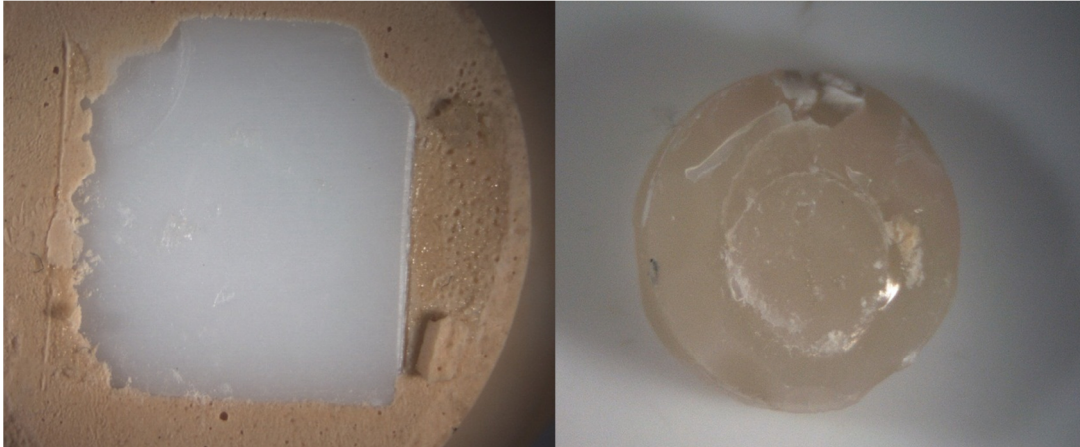


Imagem 1 – Exemplo de Falha adesiva (A) superfície da cerâmica; (B) Superfície do compósito

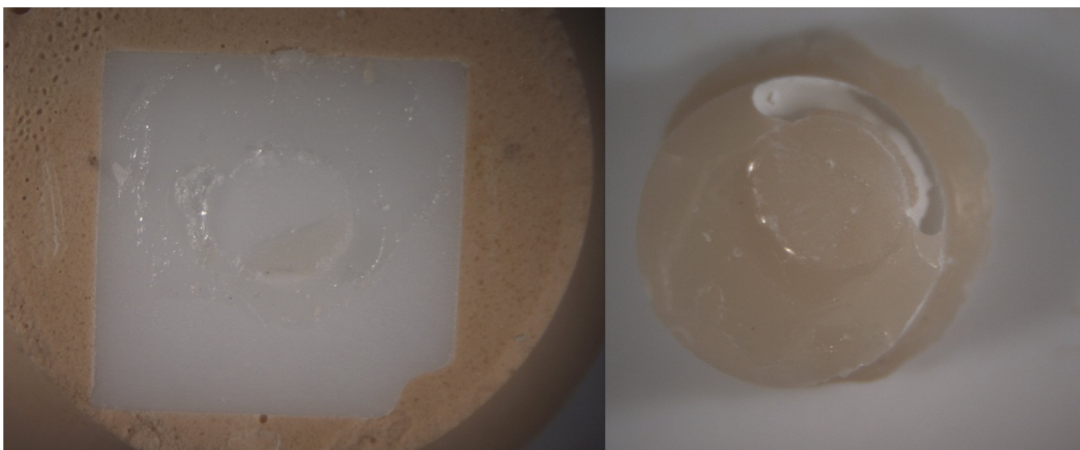


Imagem 2 – Exemplo de Falha mista (A) superfície da cerâmica; (B) Superfície do compósito